



**PCT**  
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro  
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<b>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>5</sup> :</b>  A61K 7/00, 7/06, 7/48	<b>A1</b>	<b>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:</b> WO 92/07543 <i>US - - - - -</i> <b>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:</b> 14. Mai 1992 (14.05.92)
<div style="display: flex; justify-content: space-between;"><div style="width: 48%;"><b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/EP91/01966 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 16. Oktober 1991 (16.10.91)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> P 40 33 928.9      25. Oktober 1990 (25.10.90)      DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN [DE/DE]; Henkelstraße 67, D-4000 Düsseldorf 13 (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US) :</b> KAWA, Rolf [DE/DE]; Fontanestraße 28, D-4019 Monheim 2 (DE). ANSMANN, Achim [DE/DE]; Kirchberg 25, D-4006 Erkrath (DE). WEUTHEN, Manfred [DE/DE]; Hermann-Löns-Weg 102, D-5650 Soligen 11 (DE). TESMANN, Holger [DE/DE]; Vennstraße 61, D-4000 Düsseldorf 12 (DE). FÖRSTER, Thomas [DE/DE]; Adalbert-Stifter-Straße 15, D-4006 Erkrath (DE).</div><div style="width: 48%;"><b>(74) Gemeinsamer Vertreter:</b> HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN; TFP-Patentabteilung, Henkelstraße 67, D-4000 Düsseldorf 13 (DE).  <b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> AT (europäisches Patent), BE (europäisches Patent), BR, CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht.</i></div></div>		
<b>(54) Title:</b> OIL-IN-WATER EMULSIONS  <b>(54) Bezeichnung:</b> ÖL-IN-WASSER-EMULSIONEN  <b>(57) Abstract</b>  Oil-in-water emulsions with one or more water-insoluble oil bodies, water and one or more alkyl glucosides as emulsifiers and an additional content of a fatty acid partial glyceride as a crystallisation inhibitor are distinguished by good storage life. It is furthermore possible, on the basis of alkyl glucosides and fatty acid partial glycerides to formulate emulsifier concentrates which are suitable for the production of long-storage-life oil-in-water emulsions.  <b>(57) Zusammenfassung</b>  Öl-in-Wasser-Emulsionen mit einem Gehalt an einem oder mehreren wasserunlöslichen Ölkörpern, Wasser und ein oder mehreren Alkylglucosiden als Emulgator sowie einem zusätzlichen Gehalt an einem Fettsäurepartialglycerid als Kristallisationsinhibitor zeichnen sich durch gute Lagerstabilität aus. Auf Basis von Alkylglucosiden und Fettsäurepartialglyceriden lassen sich darüber hinaus Emulgatorkonzentrate formulieren, die sich zur Herstellung lagerstabiler Öl-in-Wasser-Emulsionen eignen.		

# **LEDIGLICH ZUR INFORMATION**

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	ES	Spanien	ML	Mali
AU	Australien	FI	Finnland	MN	Mongolien
BB	Barbados	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BE	Belgien	GA	Gabon	MW	Malawi
BF	Burkina Faso	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BG	Bulgarien	GN	Guinea	NO	Norwegen
BJ	Benin	GR	Griechenland	PL	Polen
BR	Brasilien	HU	Ungarn	RO	Rumänien
CA	Kanada	IT	Italien	SD	Sudan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SU <sup>+</sup>	Sowjet Union
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	TD	Tschad
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TC	Togo
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DE	Deutschland	MC	Monaco		
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		

+ Die Bestimmung der "SU" hat Wirkung in der Russischen Föderation. Es ist noch nicht bekannt, ob solche Bestimmungen in anderen Staaten der ehemaligen Sowjetunion Wirkung haben.

?

"Öl-in-Wasser-Emulsionen"

Die Erfindung betrifft lagerstabile Öl-in Wasser-Emulsionen, fortan als O/W-Emulsionen bezeichnet, mit einem Gehalt an Alkylglucosiden und einem Partialglycerid mit einem Monoglyceridanteil von 60 bis 95 Gew.-% sowie Emulgatorkonzentrate enthaltend Alkylglucoside, ein Partialglycerid mit einem Monoglyceridanteil von 60 bis 95 Gew.-% und einen langkettigen Alkohol.

Die Verwendung von Alkylglucosiden auf dem Gebiet der Kosmetik ist literaturbekannt. So empfiehlt die Firma Rohm & Haas in ihrem Merkblatt TRITON CG-110 die Verwendung eines Alkylglucosids auf Basis Octanol/Decanol (50 : 50) als Hilfsemulgator für kosmetische Emulsionen, z.B. für Hautcremes und Lotionen. Die japanische Patentanmeldung JP 89/203 036 (Shiseido) beschreibt kosmetische Emulsionen, die ein C<sub>8</sub>-24-glucosid gemeinsam mit einem Polyol mit wenigstens drei Hydroxylgruppen, z.B. Glycerin, und einer Ölkomponente enthalten. Schließlich beschreiben Yoshitomi Pharm. Ind. in der JP 86/5005 die Verwendung von Alkyl(C<sub>8</sub>-18)-glucosiden als Befeuchtungsmittel, z.B. in kosmetischen Cremes.

Alkylglucoside eignen sich als Emulgatoren zur Herstellung von O/W-Emulsionen. Es wurde beobachtet, daß die in derartigen Emulsionen enthaltenen Alkylglucoside eine ausgeprägte Kristallisationsneigung besitzen, die sich auch durch nichtionische, anionische oder kationische Coemulgatoren nicht unterdrücken läßt. Das Kristallwachstum macht sich makroskopisch durch eine Strukturverschlechterung bemerkbar. Derartige Kristallstrukturen zerstören die homogene Tröpfchenverteilung mit der Folge einer unerwünschten Destabilisierung und schließlich Brechung der Emulsionen. Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand deshalb darin,

1

...

lagerstabile O/W-Emulsionen mit einem Gehalt an Alkylglucosiden zugänglich zu machen.

Diese Aufgabe wurde erfindungsgemäß gelöst durch Öl-in-Wasser-Emulsionen mit einem Gehalt an Alkylglucosiden, dadurch gekennzeichnet, daß sie enthalten

- (A) einen oder mehrere wasserunlösliche Ölkörper,
- (B) als Emulgator ein oder mehrere Alkylglucoside der allgemeinen Formel  $RO(G)_x$ , worin bedeuten
  - R einen linearen, gesättigten Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen
  - G eine Glucoseeinheit
  - x eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10,dadurch gekennzeichnet, daß sie
- (C) als Kristallisationsinhibitor ein Fettsäurepartialglycerid mit einem Monoanteil von 60 bis 95 Gew.-%.

Eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß die erfindungsgemäßen Emulsionen den wasserunlöslichen Ölkörper (A) in einer Menge von 5 bis 30 Gew.-%, das Alkylglucosid (B) in einer Menge von 2 bis 15 Gew.-% und das Fettsäurepartialglycerid (C) in einer Menge von 2 bis 20 Gew.-% enthält.

Bei den erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen sind selbst bei 400-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop keine Kristalle von Alkylglucosiden mehr zu erkennen. Diese Emulsionen sind homogen und lagerstabil.

Als Ölkörper (A) können an sich alle bei Raumtemperatur (20 °C) flüssigen, wasserunlöslichen, verzweigten oder linearen, physiologisch verträglichen aliphatischen Kohlenwasserstoffe, Ether oder Ester eingesetzt werden. Es können aber auch feste oder höherschmelzende Paraffine, Ester, Wachse oder Fette mitverwendet werden.

Als Ölkörper gut geeignet sind aus der Gruppe der aliphatischen Kohlenwasserstoffe z.B. Squalan, Squalene, Dioctylcyclohexan, Paraffinum

...

perliquidum und paraffinum subliquidum und Isohexadecan (hydriertes Polybutylen).

Als Ölkörper gut geeignet sind ferner Ester von drei- und mehrwertigen Alkoholen, insbesondere pflanzliche Triglyceride, z.B. Olivenöl, Mandelöl, Erdnußöl, Sonnenblumenöl oder auch die Ester des Pentaerythrits mit z.B. Pelargonsäure oder Ölsäure.

Als Ölkörper gut geeignet sind weiterhin Mono- und Diester der allgemeinen Formeln I, II und III

- (I)  $R^1-COOR^2$
- (II)  $R^2-OOC-R^3-COOR^2$
- (III)  $R^1-COO-R^3-OOC-R^1$

worin  $R^1$  eine Alkylgruppe mit 8 bis 22 C-Atomen und  $R^2$  eine Alkylgruppe mit 3 bis 22 C-Atomen und  $R^3$  Alkylengruppen mit 2 bis 16 C-Atomen bedeuten und die mindestens 11 und höchstens 40 C-Atome enthalten.

Ölkörper vom Typ der Mono- und Diester der Formeln (I), (II) und (III) sind als kosmetische und pharmazeutische Ölkomponenten sowie als Gleit- und Schmiermittelkomponenten bekannt. Unter den Mono- und Diestern dieser Art kommt den bei Raumtemperatur (20 °C) flüssigen Produkten die größte Bedeutung zu. Als Ölkörper geeignete Monoester (I) sind z.B. die Isopropylester von Fettsäuren mit 12 - 22 C-Atomen, wie z.B. Isopropylmyristat, Isopropylpalmitat, Isopropylstearat, Isopropyloleat. Andere geeignete Monoester sind z.B. n-Butylstearat, n-Hexyllaurat, n-Decyloleat, Isooctylstearat, Isononylpalmitat, Isononyl-isononanoat, 2-Ethylhexylpalmitat, 2-Ethylhexyl-laurat, 2-Hexyldecyl-stearat, 2-Octyldodecyl-palmitat, Oleyloleat, Oleylerucat, Erucyloleat sowie Ester, die aus technischen aliphatischen Alkoholgemischen und technischen aliphatischen Carbonsäuren erhältlich sind, z.B. Ester aus gesättigten und ungesättigten Fettalkoholen mit 12 - 22 C-Atomen und gesättigten und ungesättigten Fettsäuren mit 12 - 22 C-Atomen, wie sie aus tierischen und pflanzlichen Fetten zugänglich sind. Geeignet sind auch natürlich vorkommende

...

Monoester- bzw. Wachsester-Gemische, wie sie z.B. im Jojobaöl oder im Spermlöl vorliegen.

Geeignete Dicarbonsäureester (II) sind z.B. Di-n-butyl-adipat, Di-n-butyl-sebacat, Di-(2-ethylhexyl)-adipat, Di-(2-hexyldecyl)-succinat und Di-isotridecyl-acelaat. Geeignete Diolester (III) sind z.B. Ethylenglykoldioleat, Ethylenglykol-di-isotridecanoat, Propylenglykol-di-(2-ethylhexanoat), Propylenglykol-di-isostearat, Propylenglykol-di-pelargonat, Butandiol-di-isostearat und Neopentylglykol-di-caprylat.

Weiterhin eignen sich als Ölkörper verzweigte primäre Alkohole wie sie unter der Bezeichnung Guerbetalkohole (vergl. z.B. A.J.O'Lenick Jr., R.E.Bilbo, Soap Cosm. Chem. Spec. 1987, 52) bekannt sind, z.B. 2-Hexyl-decanol oder 2-Octyldodecanol, sowie Ester von Guerbetalkoholen mit langkettigen aliphatischen Carbonsäuren, z.B. mit Stearinsäure.

Die Ölkörper werden in den erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen in einer Menge von 5 bis 30 Gew.-%, insbesondere von 10 bis 20 Gew.-%, eingesetzt.

Als Alkylglucoside (B) eignen sich Glucoside mit einem C<sub>8</sub>- bis C<sub>22</sub>-Alkylrest. Sie werden üblicherweise durch Umsetzung von Glucose oder Stärke bzw. Stärkesirup mit den entsprechenden langkettigen Alkoholen hergestellt. Die Alkohole müssen dabei im Überschuß eingesetzt werden. Nach beendeter Reaktion wird der nicht umgesetzte Alkohol weitgehend abdestilliert, so daß das erfindungsgemäß verwendete Alkylglucosid in der Regel Restalkoholgehalte von ca. 1 Gew.-% enthält.

Alkylglucoside werden durch die allgemeine Formel  $RO(G)_x$  charakterisiert, worin bedeuten:

- R einen linearen, gesättigten Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen
- G eine Glucoseeinheit
- x eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10

Die Zahl x wird als Oligomerisationsgrad bezeichnet und stellt einen Mittelwert für die Verteilung von Mono- und Oligoglucosiden dar. Als

...

rechnerisch ermittelte Größe macht der Oligomerisationsgrad eine Aussage über die Verteilung der in einem technischen Oligomerengemisch vorhandenen einzelnen chemischen Individuen, die sich jeweils in der Anzahl der vorhandenen Glucoseeinheiten pro Molekül Alkylglucosid unterscheiden. Bevorzugt soll der mittlere Oligomerisationsgrad  $x$  ein Wert von 1,1 bis 1,6 sein.

Eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß der Alkylrest des Alkylglucosids eine Kettenlänge von 12 bis 18, insbesondere 16 bis 18, C-Atomen hat. Dabei sind diejenigen Alkylglucoside besonders geeignet, deren C<sub>16</sub>-Anteil mindestens 85 Gew.-% beträgt. Die erfindungsgemäß verwendeten Alkylglucoside sind Spezies, deren Alkylreste die angegebenen bevorzugten Kettenlängen aufweisen; sie können jedoch darüber hinaus noch geringe Anteile an Spezies mit kürzer- und/oder länger-kettigen Alkylresten enthalten, wie sie z.B. in den Alkylresten von Fettalkoholen pflanzlichen und tierischen Ursprungs vorliegen.

Es ist besonders bevorzugt, Alkylglucoside mit einem Oligomerisationsgrad  $x$  im Bereich von 1,1 bis 1,3 zu verwenden.

Eine weitere bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, daß sie neben den oben beschriebenen Komponenten zusätzlich einen Konsistenzregler enthält. Unter Konsistenzregler sind dabei Substanzen zu verstehen, die die Konsistenz kosmetischer Präparate, z.B. von Emulsionen, beeinflussen, bestimmen oder erhalten (vergl. H.Fey, I.Otte, "Wörterbuch der Kosmetik", Stuttgart 1985). Als Konsistenzregler können in den erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen z.B. langkettige Alkohole, Carboxymethylzellulose oder Salze von Polyacrylsäuren eingesetzt werden. Besonders gut geeignet sind als Konsistenzregler Alkohole mit 14 bis 22, insbesondere mit 16 bis 18 C-Atomen. Der Konsistenzregler kann vorteilhaft in Form des Alkohols eingebracht werden, der nach partieller Abdestillation des nicht umgesetzten Alkohols im Alkylglucosid enthalten ist.

Die thermische Beanspruchung der Alkylglucoside im Zuge der Abdestillation des nicht umgesetzten Alkohols kann leicht zu einer unerwünschten

...

bräunlichen Verfärbung führen, die einen Bleichprozeß erforderlich macht. Es kann daher von Vorteil sein, auf eine zu weitgehende Abtrennung des nicht umgesetzten Alkohols zu verzichten, insbesondere dann, wenn der langkettige Alkohol ohnehin als Konsistenzgeber in der O/W-Emulsion eingesetzt werden soll. Eine weitere Ausführungsform der vorliegenden Erfindung besteht daher darin, daß ein rohes Alkylglucosid eingesetzt wird, dessen Gehalt an nicht umgesetztem Alkohol 1 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 2,5 bis 5 Gew.-%, beträgt.

Die Alkylglucoside werden in den erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen in einer Menge von 2 bis 15 Gew.-%, insbesondere von 2 bis 7 Gew.-%, eingesetzt.

Unter Fettsäurepartialglyceriden (C) von gesättigten oder ungesättigten Fettsäuren mit 10 bis 20 C-Atomen sind technische Gemische von Fettsäuremono-, di- und triglyceriden zu verstehen, die durch Veresterung von 1 Mol Glycerin mit 1 bis 2 Mol einer (C<sub>10-20</sub>)-Fettsäure oder durch Umesterung von 1 Mol eines (C<sub>10-20</sub>)-Fettsäuretriglycerids, z.B. von Rindertalg, Schweineschmalz, Palmöl, Sonnenblumenöl oder Sojaöl mit 0,5 bis 2 Mol Glycerin erhalten werden.

Handelsüblich sind zwei Typen von Partialglyceriden. Partialglyceride des Typs I enthalten 35 bis 60 % Monoglyceride, 35 bis 50 % Diglyceride und 1 bis 20 % Triglyceride. Partialglyceride des Typs II werden durch Molekulardestillation aus solchen des Typs I hergestellt und enthalten 90 bis 95 % Monoglyceride, 1 bis 5 % Diglyceride und weniger als 1 % Triglyceride (vergl. dazu: a) G.Schuster und W. Adams: Zeitschrift für Lebensmitteltechnologie, 1979, Band 30(6), S. 256-264; b) G.Schuster (Hrsg.) "Emulgatoren für Lebensmittel", Springer-Verlag, 1985).

Die erfindungsgemäß verwendeten Fettsäurepartialglyceride sollen 60 bis 95 % Monoglyceride, 1 bis 35 % Diglyceride und 0,1 bis 5 % Triglyceride enthalten. In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden Fettsäurepartialglyceride mit einem Monoanteil von 90 bis 95 Gew.-% eingesetzt. Besonders günstig sind Fettsäurepartialglyceride, deren Fettsäurereste Kettenlängen im Bereich von 16 bis 18 C-Atomen haben.

...



Die Fettsäurepartialglyceride werden in den erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen in einer Menge von 2 bis 20 Gew.-%, insbesondere 4 bis 10 Gew.-%, eingesetzt.

Die erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen können darüber hinaus zusätzliche Komponenten bzw. Hilfsstoffe enthalten, die aus dem Stand der Technik bekannt sind. Die wichtigsten sind:

- a) Coemulgatoren, z.B. anionaktive Tenside mit Carboxylat-, Sulfonat-, Sulfat- oder Phosphatgruppen wie Seifen, Alkyl- und Arylethersulfate, Fettamine, quartäre Ammonium- und Pyridiniumverbindungen, nichtionische Emulgatoren wie Ethylenoxidaddukte an Alkohole, Carbonsäuren, Partialglyceride und Sorbitanester, amphotere Emulgatoren wie Imidazolinderivate, Betaine oder Sulfobetaine sowie z.B. Fettsäureester und Sorbitanfettsäureester (vergl. z.B. W. Umbach [Hrsg.], "Kosmetik - Entwicklung, Herstellung und Anwendung kosmetischer Mittel", S.86-87, Stuttgart 1988).
- b) Feuchthaltemittel, z.B. Glycerin, Polyglycerine, Sorbit, 1,2-Propandiol, 1,2,3-Butan-triol, Polyethylenglykole, Glucose, Mannit, Xylit
- c) antimikrobiell wirksame Stoffe als Konservierungsmittel, z.B. Benzoesäure, Salicylsäure, Sorbinsäure, sowie deren Ester und Salze.
- d) Parfümöle, z.B. natürliche Riechstoffe, die durch Destillation, Extraktion oder Pressung aus Pflanzen gewonnen werden sowie synthetisch hergestellte Riechstoffe (vergl. z.B. H.Aebi, E.Baumgartner, H.P.Fiedler, G.Ohloff, "Kosmetika, Riechstoffe und Lebensmittelzusatzstoffe", Stuttgart 1978)
- e) Antioxidantien, z.B. Tocopherole, Lecithin, Guajakol, Butylkresol, 4-Methyl-2,6-di-tert.-butyl-phenol (BHT), 4-Methoxy-2(3)tert.-butyl-phenol (BHA)
- f) Farbstoffe, wie sie z.B. von der Farbstoff-Kommission der Deutschen Forschungsgemeinschaft für Kosmetika zusammengestellt sind ("Färbemittel für Kosmetika" Mitteilung 3, Wiesbaden 1968)

Zur Herstellung der Emulsionen wurden die Alkylglucoside entweder in der heißen Wasser- oder Fettphase gelöst. Vorzugsweise wurde die Wasserphase unter Rühren bei 60 bis 80 °C zu der Ölphase gegeben. Die so erhaltenen

...

Dispersionen wurden anschließend auf 30 °C abgekühlt. Gewünschtenfalls kann durch Geräte, die nach dem Rotor-Stator-Prinzip arbeiten, z.B. Ultra Turrax T50 (Ika-Werke), die Struktur der Emulsion während des Abkühlvorgangs noch weiter verbessert werden.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen kann aufgrund der Wasserlöslichkeit der Alkylglucoside, insbesondere solcher mit Alkylresten von 12 bis 16 C-Atomen, auch auf kaltem Wege erfolgen. Insbesondere in Kombination mit hydrophilen oder hydrophoben Emulgatoren und Ölen, die bei Raumtemperatur flüssig sind, können unter Verwendung polymerer Verdickungsmittel auf diese Weise gehaltvolle flüssige oder cremeförmige kosmetische Emulsionen formuliert werden.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung sind Emulgatorkonzentrate zur Herstellung der erfindungsgemäßen O/W-Emulsionen enthaltend

- (D) 24 bis 75 Gew.-% ein oder mehrerer Alkylglucoside der allgemeinen Formel  $RO(G)_x$ , worin bedeuten
  - R einen linearen, gesättigten Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen
  - G eine Glucoseeinheit
  - x eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10
- (E) 24 bis 75 Gew.-% eines Fettsäurepartialglycerids mit einem Monoanteil von 60 bis 95 Gew.-%
- (F) 0,1 bis 50 Gew.-% eines linearen, gesättigten Alkohols mit 14 bis 22, insbesondere mit 16 bis 18 C-Atomen.

Aus den oben genannten Gründen können zur Herstellung derartiger Emulgatorkonzentrate auch Alkylglucoside eingesetzt werden, bei denen der im Zuge der Herstellung nicht umgesetzte Alkohol entweder gar nicht oder nur partiell abdestilliert wurde. Eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung besteht daher darin, daß die Emulgatorkonzentrate unter Verwendung von Alkylglucosiden hergestellt werden, deren Gehalt an nicht umgesetztem Alkohol 3 bis 90 Gew.-%, bevorzugt 3 bis 40 Gew.-%, beträgt. In derartigen Fällen kann die Abmischung der Alkylglucoside mit den Fettsäurepartialglyceriden unmittelbar nach Beendigung der Reaktion zwischen Glucose und langkettigen Alkoholen und gewünschtenfalls partieller Abdestillation nicht umgesetzten Alkohols bei Temperaturen von etwa 100 °C

erfolgen. Auf diese Weise lassen sich selbstemulgierende Emulsionsgrundlagen herstellen, mit denen sich kosmetisch anspruchsvolle Cremes bzw. Lotionen formulieren lassen.

Die erfindungsgemäßen Emulgatorkonzentrate können darüber hinaus zusätzliche Komponenten bzw. Hilfsstoffe enthalten, wie sie oben beschrieben sind, z.B. Ölkörper, Coemulgatoren, Feuchthaltemittel, Konservierungsmittel, Parfümöle, Antioxidantien, Farbstoffe.

Die folgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern.

## Beispiele

### 1. Verwendete Substanzen

#### 1.1. Ölkörper (A)

Cetiol V: Ölsäuredecylester (Fa. Henkel KGaA/Düsseldorf); Myritol 318: Capryl-/Caprinsäuretriglycerid (Fa. Henkel KGaA/Düsseldorf)

#### 1.2. Alkylglucoside (B)

Als Alkylglucoside wurden C<sub>14</sub>-, C<sub>16</sub>- und C<sub>18</sub>-Alkylglucoside (abgekürzt als AG C<sub>14</sub>, AG C<sub>16</sub> und AG C<sub>18</sub>) mit Oligomerisationsgraden von x = 1,2 bis 1,4 eingesetzt. Zur Herstellung der C<sub>14</sub>-, C<sub>16</sub>- und C<sub>18</sub>-Alkylglucoside wurden verwendet: Glucose und die jeweiligen C<sub>14</sub>-, C<sub>16</sub>- bzw. C<sub>18</sub>-Fettalkohole (C-Kettenverteilung nach GC: a) für C<sub>14</sub>-Fettalkohol: 2% C<sub>12</sub>; 96% C<sub>14</sub>; 2% C<sub>16</sub>; b) für C<sub>16</sub>-Fettalkohol: 2% C<sub>14</sub>; 96% C<sub>16</sub>; 2% C<sub>18</sub>; c) für C<sub>18</sub>-Fettalkohol: 2% C<sub>16</sub>; 96% C<sub>18</sub>; 2% C<sub>20</sub>).

#### 1.3. Fettsäurepartialglyceride (C)

Cutina MD: Fettsäurepartialglycerid auf Basis von gehärtetem Palmöl mit einem Monoanteil von 42 Gew.-% (Fa. Grünau/Illertissen); Monomuls 60-35: Fettsäurepartialglycerid auf Basis von gehärtetem Palmöl mit einem Monoanteil von 60 Gew.-% (Fa. Grünau/Illertissen); Monomuls 90-35: Fettsäurepartialglycerid auf Basis von gehärtetem Palmöl mit einem Monoanteil von 90 Gew.-% (Fa. Grünau/Illertissen)

#### 1.4. Weitere Komponenten

Lanette O: Cetyl-/Stearylalkohol [50:50] (Fa. Henkel KGaA/Düsseldorf); Lanette E: Cetyl-/Stearylalkoholsulfat, Na-Salz [50:50] (Henkel KGaA/Düsseldorf); Cutina E-24: Polyoxyethylen24-Glycerinmonostearat (Fa. Henkel KGaA/Düsseldorf).

### 2. Herstellung und Charakterisierung der Dispersionen

Zur Herstellung der Emulsionen wurden die Alkylglucoside entweder in der heißen Wasser- oder Fettphase gelöst. Vorzugsweise wurde die

...

Wasserphase unter Rühren bei 60 bis 80 °C zu der Ölphase gegeben. Die so erhaltenen Dispersionen wurden anschließend auf 30 °C abgekühlt.

Nach 24 Stunden wurden die Viskositäten bei 23 °C mit einem Brookfield-Viskosimeter unter Verwendung von Spindel E bei 4 UpM gemessen. Die Emulsionen wurden anschließend zwei Wochen jeweils bei -5°C, 20°C sowie 40°C gelagert und visuell sowie bei 400-facher Vergrößerung unter dem Mikroskop beurteilt. Die Ergebnisse sind in Abhängigkeit von der Zusammensetzung der Emulsionen in Tabelle 1 zusammengestellt.

In allen Fällen, bei denen als Partialglyceride Monomuls 90-35 bzw. Monomuls 60-35 (Monoglyceridgehalt: 90% bzw. 60%) verwendet wurden, wurden Emulsionen erhalten, die sowohl unmittelbar nach ihrer Herstellung, als auch nach der oben beschriebenen Lagerung homogen waren (Tabelle 1, Spalten B1 bis B8). Im Vergleich dazu lag bei Verwendung von Cutina MD, einem Partialglycerids mit einem Monoglyceridgehalt von 42%, entweder direkt nach der Herstellung eine zwar eine homogene Emulsion vor, die jedoch bei 400-facher Vergrößerung unter dem Lichtmikroskop deutlich kristalline Bestandteile zeigte und sich bei 40 °C in zwei Phasen trennte (Tabelle 1, Spalten V1 und V2) oder die Emulsion war bereits unmittelbar nach der Herstellung makroskopisch inhomogen (Tabelle 1, Spalte V3).

Tabelle 1: O/W-Emulsionen

	V1	V2	V3	B1	B2	B3	B4	B5	B6	B7	B8
AG C14 (x=1,4)	-	4,0	-	-	-	-	-	-	4,0	-	-
AG C16 (x=1,2)	4,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
AG C16 (x=1,3)	-	-	-	-	4,01)	4,0	4,0	4,0	-	-	4,05)
AG C18 (x=1,4)	-	-	4,0	-	-	-	-	-	-	4,0	-
Monomuls 90-35	-	-	-	5,6	5,01)	-	7,0	7,0	5,6	7,0	4,05)
Monomuls 60-35	-	-	-	-	-	5,6	-	-	-	-	-
Cutina MD	5,6	5,6	7,0	-	-	-	-	-	-	-	-
Cetiol V	14,0	14,0	12,0	14,0	14,0	14,0	12,0	-	14,0	12,0	14,0
Myritol 318	-	-	-	-	-	-	-	12,0	-	-	-
Stearylalkohol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,85)
Cetylalkohol	-	-	-	-	1,01)	-	-	-	-	-	1,0
Lanette O	0,8	0,8	-	0,8	-	0,8	-	-	0,8	-	-
Glycerin 86%	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	5,0	5,0	5,0	3,0	3,0	3,0
Lanette E	-	-	-	-	-	-	0,5	-	-	-	-
Cutina E-24	-	-	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-
Wasser, Konservierung	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100	ad 100
Viskosität [Pas]	180	190	75	100	140	150	250	250	150	100	100
Aussehen nach											
Lagerung bei: -5 °C	hom <sup>2)</sup>	hom	in <sup>hom</sup> <sup>4)</sup>	hom	hom	hom	hom	hom	hom	hom	hom
20 °C	hom	hom	in <sup>hom</sup>	hom	hom	hom	hom	hom	hom	hom	hom
40 °C	Trenn <sup>3)</sup>	Trenn	Trenn	hom	hom	hom	hom	hom	hom	hom	hom

1) Beispiel B2 wurde aus einem Emulgatorkonzentrat, bestehend aus einer 1:1 Mischung von AG C16 (Restalkoholgehalt: 20%) und Monomuls 60-35, hergestellt

2) hom = homogen

3) Trenn = Trennung

4) in<sup>hom</sup> = inhomogen

5) Beispiel B8 wurde aus einem Emulgatorkonzentrat, bestehend aus einer Mischung von 40% AG C16 (Restalkoholgehalt: 20%), 52% Monomuls 90-35 und 8% Stearylalkohol, hergestellt.

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Öl-in-Wasser-Emulsionen mit einem Gehalt an Alkylglucosiden, dadurch gekennzeichnet, daß sie enthalten
  - (A) einen oder mehrere wasserunlösliche Ölkörper,
  - (B) als Emulgator ein oder mehrere Alkylglucoside der allgemeinen Formel  $RO(G)_x$ , worin bedeuten
    - R einen linearen, gesättigten Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen
    - G eine Glucoseeinheit
    - x eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10,
  - (C) als Kristallisationsinhibitor ein Fettsäurepartialglycerid mit einem Monoanteil von 60 bis 95 Gew.-%.
2. Emulsionen nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der wasserunlösliche Ölkörper (A) in einer Menge von 5 bis 30 Gew.-%, das Alkylglucosid (B) in einer Menge von 2 bis 15 Gew.-% und das Fettsäurepartialglycerid (C) in einer Menge von 2 bis 20 Gew.-% enthalten ist.
3. Emulsionen nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Alkylrest des Alkylglucosids (B) eine Kettenlänge von 16 bis 18 C-Atomen hat.
4. Emulsionen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Oligomerisationsgrad x des Alkylglucosids (B) 1,1 bis 1,6 beträgt.
5. Emulsionen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zusätzlich ein Alkohol mit 14 bis 22 C-Atomen, insbesondere mit 16 bis 18 C-Atomen, als Konsistenzregler enthalten ist.
6. Emulgatorkonzentrate zur Herstellung lagerstabiler Öl-in-Wasser-Emulsionen nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß sie enthalten
  - (D) 24 bis 75 Gew.-% ein oder mehrerer Alkylglucoside der allgemeinen Formel  $RO(G)_x$ , worin bedeuten

...

- R einen Alkylrest mit 8 bis 22 C-Atomen
  - G eine Glucoseeinheit
  - x eine beliebige Zahl zwischen 1 und 10
- (E) 24 bis 75 Gew.-% eines Fettsäurepartialglycerids mit einem Monoanteil von 60 bis 95 Gew.-%
- (F) 0,1 bis 50 Gew.-% eines linearen, gesättigten Alkohols mit 14 bis 22, insbesondere mit 16 bis 18 C-Atomen.



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/EP 91/01966

<b>I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> (If several classification symbols apply, indicate all) *		
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC		
Int. Cl. <sup>5</sup> A 61 K 7/00; A 61 K 7/06; A 61 K 7/48		
<b>II. FIELDS SEARCHED</b>		
Minimum Documentation Searched ?		
Classification System	Classification Symbols	
Int. Cl. <sup>5</sup>	A 61 K	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched *		
<b>III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b> *		
Category *	Citation of Document, ** with indication, where appropriate, of the relevant passages <sup>12</sup>	Relevant to Claim No. <sup>13</sup>
A	WORLD PATENTS INDEX LATEST, week 8938, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 89-276086 & JP, A, 1 203 036 (SHISEIDO KK) 15 August 1989, (cited in the application) see abstract	1,3,4
A	WORLD PATENTS INDEX LATEST, week 8608, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 86-051904 & JP, A, 61 005 005 (YOSHITOMI PHARM) 10 January 1986, (cited in the application) see abstract	1,3,4
P,A	EP, A, 0 428 157 (LION CORPORATION) 22 May 1991 see page 1 - page 7, line 30, see page 9, line 35 - line 44, see page 11 - page 23 see claims 1-7	1,3,4
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 84, No. 7, Columbus, Ohio, US; NIIYA, I ET AL.: 'EFFECTS OF EMULSIFIERS ON THE CRYSTAL GROWTH OF EDIBLE SOLID FATS. IV. EFFECTS OF PROPYLENE GLYCOL ESTERS OF FATTY ACIDS AND UNSATURATED FATTY ACID MONOGLYCERIDES.' see abstract	1,6
<p>* Special categories of cited documents: <sup>10</sup></p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p>		
<b>IV. CERTIFICATION</b>		
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report	
22 January 1992 (22.01.92)	10 February 1992 (10.02.92)	
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer	
European Patent Office		

9101966  
52170

22/01/92

EPO FORM 00479

For more details about this annex : see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

PCT/EP 91/01966

Internationales Aktenzeichen

<b>I. KLASSEFIZIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS</b> (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben) <sup>6</sup>		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
Int.Kl. 5 A61K7/00; A61K7/06; A61K7/48		
<b>II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE</b>		
Recherchierter Mindestprüfstoff <sup>7</sup>		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int.Kl. 5	A61K	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen <sup>8</sup>		
<b>III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN</b> <sup>9</sup>		
Art. <sup>9</sup>	Kennzeichnung der Veröffentlichung <sup>11</sup> , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile <sup>12</sup>	Betr. Anspruch Nr. <sup>13</sup>
A	WORLD PATENTS INDEX LATEST Week 8938, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 89-276086 & JP,A,1 203 036 (SHISEIDO KK) 15. August 1989 in der Anmeldung erwähnt siehe Zusammenfassung	1,3,4
A	WORLD PATENTS INDEX LATEST Week 8608, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 86-051904 & JP,A,61 005 005 (YOSHITOMI PHARM) 10. Januar 1986 in der Anmeldung erwähnt siehe Zusammenfassung	1,3,4
<p><sup>10</sup> Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen:</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" Älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis der der Erfindung zugrundeliegenden Prinzipien oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"A" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
<b>IV. BESCHEINIGUNG</b>		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Abschließendes Datum des internationalen Recherchenberichts	
22. JANUAR 1992	10.02.92	
Internationale Recherchenbehörde	Unterschrift des Bevollmächtigten Bediensteten	
EUROPAISCHES PATENTAMT	SIERRA GONZALEZ	

III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN (Fortsetzung von Blatt 2)		
Art °	Kennzeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile	Betr. Anspruch Nr.
P,A	EP,A,0 428 157 (LION CORPORATION) 22. Mai 1991 siehe Seite 1 - Seite 7, Zeile 30 siehe Seite 9, Zeile 35 - Zeile 44 siehe Seite 11 - Seite 23 siehe Ansprüche 1-7 ---	1,3,4
A	CHEMICAL ABSTRACTS, vol. 84, no. 7, Columbus, Ohio, US; NIIYA, I ET AL.: 'EFFECTS OF EMULSIFIERS ON THE CRYSTAL GROWTH OF EDIBLE SOLID FATS. IV. EFFECTS OF PROPYLENE GLYCOL ESTERS OF FATTY ACIDS AND UNSATURATED FATTY ACID MONOGLYCERIDES.' siehe Zusammenfassung ---	1,6

EP 9101966  
SA 52170

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

22/01/92

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP-A-0428157	22-05-91	JP-A- 3157349	05-07-91
-----			

EPO FORM 10073

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82